

(4)

Partial Translation of Japanese Laid-Open Patent Publication No.
2002-275786

Date of Laid-Open: September 25, 2002

Application No. 2001-289606

Filing date: September 21, 2001

Applicant: NOF Corporation.

Inventors: Kazumichi Asakura et al.

Title of the Invention:

Additive for regenerating wastepaper and method for producing regenerated paper

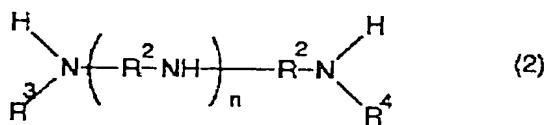
Claims:

1. An additive for regenerating wastepaper consisting of an amide compound or a salt thereof,

wherein the amide compound is obtained by reacting a compound shown by formula (1):



(wherein R^1CO is an acyl group having 10 to 24 carbon atoms) with a compound shown by formula (2):



(wherein R^2 is an alkylene group having 1 to 4 carbon atoms, R^3 and R^4 are a hydrogen atom or an alkyl group having 1 to 3 carbon atoms, and n is 1 to 3), and

wherein the molar ratio of the compound shown by formula (1) and the compound shown by formula (2) is 1.5 : 1 to 3.3 : 1.

2. The additive for regenerating wastepaper of claim 1, wherein R¹CO in formula (1) comprises an unsaturated acyl group having 16 to 24 carbon atoms in an amount of 20 to 100 wt%.

3. A method for producing regenerated paper characterized in that the additive for regenerating wastepaper of claim 1 or 2 is added in an amount of 0.03 to 8 wt% with respect to the weight of wastepaper pulp.

Column 1, lines 22 to 26

[0001]

[Field of the invention] The present invention relates to an additive for regenerating wastepaper and a method for producing regenerated paper. In more detail, the present invention relates to an additive for regenerating wastepaper that can provide regenerated paper with improved bulkiness and oil absorption properties from wastepaper pulp, and a method for producing regenerated paper.

Column 3, line 15 to column 4, line 39

[0008]

[Embodiments for carrying out the invention] The compound shown by formula (1) that is used for the present invention is a carboxylic acid having 10 to 24 carbon atoms. Specific examples of such a carboxylic acid include capric acid, lauric acid, myristic acid, palmitic acid, palmitoleic acid, stearic acid, oleic acid, linoleic acid, linolenic acid, arachic acid, behenic acid, erucic acid, and lignoceric

acid. These carboxylic acid can be used alone or in combination of two or more. The examples further include mixed fatty acids derived from natural oils or fats such as cocoanut oil fatty acid, palm oil fatty acid, beef tallow fatty acid, lard fatty acid, soybean oil fatty acid, rape seed oil fatty acid, tall oil fatty acid, olive oil fatty acid, cocoa butter fatty acid, sesame oil fatty acid, corn oil fatty acid, sunflower oil fatty acid, cotton seed oil fatty acid, and hydrogenated substances thereof. Among these, a saturated or unsaturated fatty acid having 12 to 22 carbon atoms is preferable, a saturated or unsaturated fatty acid having 14 to 18 carbon atoms is more preferable. With a carboxylic acid having less than 10 carbon atoms, the resultant amide compound can provide only a low effect of improving the bulkiness and the oil absorption, and with a carboxylic acid having more than 24 carbon atoms, the handling of the resultant additive becomes difficult, and thus, such carboxylic acids are not preferable.

[0009]

When the compound shown by formula (1) comprises an unsaturated carboxylic acid having 16 to 24 carbon atoms in an amount of 20 to 100 wt%, the resultant amide compound can provide excellent effects of improving the bulkiness and the oil absorption, as well as improving the handling of an additive made of the compound. Examples of the unsaturated carboxylic acid include palmitoleic acid, oleic acid, linoleic acid, linolenic acid, and erucic acid; and natural mixed fatty acids having 20 to 100 wt% of such an unsaturated carboxylic acid. Examples of such natural mixed fatty acids include soybean oil fatty acid, palm oil fatty acid, olive oil fatty acid, cocoa butter fatty acid, sesame oil fatty acid, corn oil fatty acid, sunflower oil fatty acid, cotton seed oil fatty acid, beef tallow fatty acid, and lard fatty acid. Particularly preferable examples of carboxylic acids

include soybean oil fatty acid, oleic acid, and erucic acid.

[0010]

R^2 in the compound shown by formula (2) is an alkylene group having 1 to 4 carbon atoms. Specific examples of R^2 include a methylene group, an ethylene group, a trimethylene group, a propylene group, a tetramethylene group, and a butylene group. The compound (2) may include single kind of or two or more kinds of R^2 . R^3 and R^4 are a hydrogen atom or an alkyl group having 1 to 3 carbon atoms. Specific examples of the alkyl groups having 1 to 3 carbon atoms include a methyl group, an ethyl group, and a propyl group. n is 1 to 3. In other words, the compound shown by formula (2) is a compound having at least three amino groups in the molecule. When a compound other than such compound is employed, only low effects of improving the bulkiness and the oil absorption can be obtained.

[0011]

The amide compound (i.e., an additive for regenerating wastepaper of the present invention), which is an amide compound derived from a compound shown by formula (1) and a compound shown by formula (2), can be obtained, for example, by the following processes. The compound shown by formula (1) and the compound shown by formula (2) are placed in a reaction vessel, and the mixture is heated to increase the temperature in a nitrogen atmosphere while stirring, and then, the reaction was carried out for several hours while removing water to the outside of the system, thus obtaining the objective amide compound. The amount of compound shown by formula (1) is 1.5 to 3.3 moles, and preferably, 1.8 to 3.1 moles with respect to 1 mol of the compound shown by formula (2).

[0012]

The amide compound obtained by the reaction of the

compound shown by formula (1) and the compound shown by formula (2) can be used as an additive for regenerating paper by itself. But, the handling becomes even easier if the amide compound is used in the form of a salt by being reacted with an inorganic acid or an organic acid. Such a salt can be conveniently used as an additive. Examples of the inorganic acid include hydrochloric acid, sulfuric acid, carbonic acid, nitric acid and phosphoric acid. Examples of the organic acid include formic acid, acetic acid, propionic acid, octylic acid, butyric acid, oxalic acid, malonic acid, itaconic acid, adipic acid, succinic acid, sebacic acid, citric acid, hydroxybenzoic acid, malic acid, hydroxymalonic acid, lactic acid, salicylic acid, hydroxyvaleric acid, aspartic acid, glutamic acid, taurin, sulfamic acid, lauric acid, myristic acid, palmitic acid, stearic acid, and oleic acid. Among these, organic acids are preferable, and among these, formic acid, acetic acid and propionic acid are particularly preferable. When the amide compound is used as a salt, the total amine value of the amide compound is measured, and a necessary amount of an organic acid or an inorganic acid is added in an equivalent of the total amine value to form a salt of the amide compound.

[0013]

The amount of the additive for regenerating wastepaper of the present invention is preferably in the range from 0.03 to 8 parts by weight with respect to the weight of wastepaper pulp. The additive can be used in any step in which the system comprises water and pulp.

Column 6, lines 8 to 22

[0017]

(Examples)

The present invention will be described more specifically by

way of examples and comparative examples.

Synthesis Example 1

First, 284.5 g (1 mol) of stearic acid and 51.5g g (0.5 mol) of diethylenetriamine were placed in a 500 mL four-necked flask provided with a stirrer, a condenser, a thermometer and a nitrogen inlet tube. Then, the mixture was stirred at a temperature of 180 to 190°C in a nitrogen atmosphere. The reaction was carried out for 3 hours while removing water to the outside of the system. Thus, an amide compound having a total amine value of 76.8 was obtained. Next, 60g of the amide compound was dispersed in a formic acid aqueous solution in 1L flask, resulting in 425.3g of a 15 wt% liquid additive A for regenerating wastepaper, wherein the formic acid solution was obtained by dissolving 3.8g of formic acid, which was the equivalent amount with respect to the total amine value of the amide compound, in 361.5g of water.

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2002-275786

(P2002-275786A)

(43)公開日 平成14年9月25日 (2002.9.25)

(51)Int.Cl.

D 21 H 17/07

// D 21 H 21/22

識別記号

F 1

テ-マート(参考)

D 21 H 17/07

4 L 055

21/22

審査請求 未請求 請求項の数 3 O.L (全 7 頁)

(21)出願番号 特願2001-289606(P2001-289606)

(22)出願日 平成13年9月21日 (2001.9.21)

(31)優先権主張番号 特願2001-4541 (P2001-4541)

(32)優先日 平成13年1月12日 (2001.1.12)

(33)優先権主張国 日本 (JP)

(71)出願人 000004341

日本油脂株式会社

東京都渋谷区恵比寿四丁目20番3号

(72)発明者 浅倉 一雄

兵庫県西宮市東鳴尾町1-1-13-510

(72)発明者 玉井 哲也

兵庫県西宮市東鳴尾町1-1-13-305

(72)発明者 多田 文昭

兵庫県神戸市西区美賀多台1-3-5501

(72)発明者 岩本 正男

兵庫県神戸市中央区国香通5-2-19

F ターム(参考) 4L055 AC09 AG34 AG35 AH50 BD10

EA30 EA32 FA16 FA30 GA35

GA46

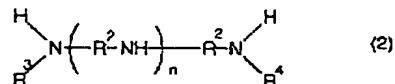
(54)【発明の名称】 古紙再生用添加剤および再生紙の製造方法

(57)【要約】

【課題】再生紙の高高性と吸油性を向上させることができる古紙再生用添加剤および再生紙の製造方法を提供する。

【解決手段】式(1)で示される化合物を式(2)で示される化合物に対して1.5~3.3倍モル反応させて得られるアミド化物またはその塗りなる古紙再生用添加剤およびその古紙再生用添加剤を用いる再生紙の製造方法。R¹COOH (1) (R¹COは、炭素数1~24のアシル基を示す。)

(化1)



(R¹は炭素数1~4のアルキレン基、R²およびR³は水素原子または炭素数1~3のアルキル基であり、nは1~3である)。

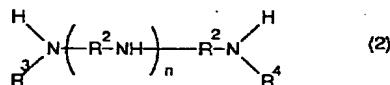
【特許請求の範囲】

【請求項1】 式(1)で示される化合物を式(2)で示される化合物に対して1.5~3.3倍モル反応させて得られるアミド化物またはその塩よりなる古紙再生用添加剤。



(R^1CO は、炭素数10~24のアシル基を示す。)

【化1】



(R^2 は炭素数1~4のアルキレン基、 R^3 および R^4 は水素原子または炭素数1~3のアルキル基であり、nは1~3である。)

【請求項2】 式(1)の R^1CO が炭素数16~24の不飽和アシル基を2.0~10.0重量%含むことを特徴とする請求項1記載の古紙再生用添加剤。

【請求項3】 請求項1または請求項2記載の古紙再生用添加剤を、古紙バルブに対して0.03~8重量%添加することを特徴とする再生紙の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、古紙再生用添加剤および再生紙の製造方法に関し、詳しくは古紙を原料とする再生紙の嵩高性と吸油性を向上することができる古紙再生用添加剤および再生紙の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】近年、資源の有効利用や環境保護などの観点から古紙の再利用の重要性が増加している。古紙の再生は、通常、回収された後、離解し、古紙バルブスラリーとし、水酸化ナトリウム、炭酸ナトリウム、ケイ酸ナトリウム等のようなアルカリ剤、脱墨剤および過酸化水素、次亜塩素酸塩などの漂白剤を添加し、古紙バルブからインキを脱離させ、ついで脱離インキをフローテーションにより古紙バルブスラリーから分離する方法が採用されている。古紙を原料とする再生紙にはいくつかの問題点があるが、中でも嵩高性の低下は最大の問題点であった。これは、古紙のバルブ纖維はバージンバルブの纖維に比べて短纖維化しているため、再生紙の嵩高性が低くなるためである。再生紙の嵩高性を向上する方法として、バルブに架橋剤を反応させる方法が特開平4-185791号公報および特開平4-185792号公報に開示されている。しかし、これら方法は、架橋後の解纖時に纖維が短纖維化し、嵩高性の向上が十分ではない。

【0003】また架橋剤を使用しないで、嵩高性を向上させる方法も提案されている。ジ長鎖アルキル型4級アンモニウム塩を含有する添加剤を使用する方法が特開昭63-165597号公報に、ジアルキル型4級アンモニウム塩およびグリセリンと水または炭素数4以下の脂

肪族アルコールを含有する添加剤を使用する方法が特開平4-100995号公報に、ラノリンおよびラノリン誘導体を含有する添加剤を使用する方法が特開昭53-147803号公報に、カチオン性オリゴマーを含有する添加剤を使用する方法が特開昭63-251409号公報に、ポリアミド誘導体を含有する添加剤を使用する方法が特開昭51-38600号公報に開示されている。さらに脂肪酸および脂肪酸エステルのポリオキシアルキレン付加物からなる添加剤を使用する方法が特開平11-200284号公報に、油脂または糖アルコール系非イオン性界面活性剤を用いた添加剤を使用する方法が特開平11-200283号公報に、4級アンモニウム塩、アルキルアミンおよびベタイン型両性界面活性剤と非イオン性界面活性剤とを併用した添加剤を使用する方法が特開平11-269799号公報に開示されている。

しかし、これら添加剤を使用する方法では、嵩高性の向上は満足できるレベルではなかった。さらに架橋剤や添加剤を使用しない方法として、物理的に纖維を毛羽立せ、バルブの嵩高性を向上させるという方法がある。

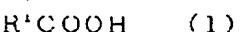
しかし、この方法も嵩高性の向上が不十分であるうえに、煩雑な操作の繰り返しが必要である。また、古紙を原料とする再生紙の有効な利用方法として、人体からの油やマシンオイル、軽油などの吸油性を求めるクレープ紙、ティッシュペーパー、人体または機械等の油取り紙がある。再生紙の吸油性を向上する方法として、離解機によりバルブ原料を解纖し、纖維の撚れを起こし、さらに、これに水溶性高分子フィルムを積層する方法が特開平8-13381号公報に開示されている。しかし、この方法は作業が煩雑であるとともに高分子系薬剤を多量に使用しており、高価になるという欠点がある。さらに、拭き布の製法としてバルブの長纖維同士を機械的に積層させる方法が特開平5-214654号公報に、油取り紙の製造方法として紙の平面部にエンボス加工を行って、吸油性を向上させる方法が特開平11-322536号公報に開示されているが、これらのいずれも、充分な吸液性を有するものとはなっていないのが現状である。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、再生紙の嵩高性と吸油性を向上させることができる古紙再生用添加剤および再生紙の製造方法を提供するものである。

【0005】

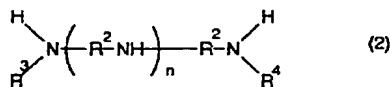
【課題を解決するための手段】すなわち本発明は、(A) 式(1)で示される化合物を式(2)で示される化合物に対して1.5~3.3倍モル反応させて得られるアミド化物またはその塩よりなる古紙再生用添加剤。



(R^1CO は、炭素数10~24のアシル基を示す。)

[0006]

〔化2〕



〔0007〕 (R^1 は炭素数1～4のアルキレン基、 R^3 および R^4 は水素原子または炭素数1～3のアルキル基であり、 n は1～3である)。

(B) 式(1)の R^1CO が炭素数16～24の不飽和アシル基を20～100重量%含むことを特徴とする(A)記載の古紙再生用添加剤。

(C) (A)または(B)記載の古紙再生用添加剤を、古紙パルプに対して0.03～8重量%添加することを特徴とする再生紙の製造方法である。

〔0008〕

〔発明の実施の形態〕本発明で用いる式(1)で示される化合物は炭素数10～24のカルボン酸であり、具体的には、カプリン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチニ酸、パルミトレン酸、ステアリン酸、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、アラキニ酸、ベヘニ酸、エルカ酸、リグノセリン酸等の1種または2種以上の混合物や、ヤシ油脂肪酸、バーム油脂肪酸、牛脂脂肪酸、豚脂脂肪酸、大豆油脂肪酸、なたね油脂肪酸、トール油脂肪酸、オリーブ油脂肪酸、カカオ油脂肪酸、ゴマ油脂肪酸、トウモロコシ油脂肪酸、ヒマワリ油脂肪酸、綿実油脂肪酸等の天然油脂由来の混合脂肪酸およびこれらの水素添加物が挙げられる。好ましくは、炭素数12～22の飽和または不飽和の脂肪酸、より好ましくは炭素数14～18の飽和または不飽和の脂肪酸である。炭素数が10より小さい場合は、嵩高性と吸油性の向上効果が弱くなり、炭素数が24より大きい場合、添加剤の取り扱いが困難になるので好ましくない。

〔0009〕また、式(1)で示される化合物は、炭素数16～24の不飽和カルボン酸を20～100重量%含むことで、添加剤の取り扱い性が良好になるとともに、嵩高性と吸油性の改善効果も向上する。不飽和カルボン酸としてはパルミトレン酸、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、エルカ酸およびこれらの不飽和カルボン酸を20～100重量%含む天然の混合脂肪酸である大豆油脂肪酸、バーム油脂肪酸、オリーブ油脂肪酸、カカオ油脂肪酸、ゴマ油脂肪酸、トウモロコシ油脂肪酸、ヒマワリ油脂肪酸、綿実油脂肪酸、牛脂脂肪酸、豚脂脂肪酸等が挙げられる。より好ましくは、大豆油脂肪酸、オレイン酸、エルカ酸である。

〔0010〕本発明で用いる式(2)で示される化合物において、 R^1 は炭素数1～4のアルキレン基であり、具体的には、メチレン基、エチレン基、トリメチレン基、プロピレン基、テトラメチレン基、ブチレン基が挙げられ、1種または2種以上を用いることができる。 R^3 および R^4 は水素原子または炭素数1～3のアルキル基

である。炭素数1～3のアルキル基としては、メチル基、エチル基、プロピル基等が挙げられる。 n は1～3である。すなわち本発明における式(2)で示される化合物は分子中に少なくとも3つ以上のアミノ基を有する化合物である。このような化合物以外では、嵩高性と吸油性の向上効果が低くなってしまう。

〔0011〕本発明の古紙再生用添加剤である、式(1)で示される化合物と式(2)で示される化合物とのアミド化物は、例えば以下のようにして得ることができる。窒素ガス雰囲気下、反応器中に式(1)で示される化合物と式(2)で示される化合物とを仕込み、攪拌しながら昇温し、生成水を除去しながら数時間反応させることにより、目的とするアミド化物を得る。その際、使用する式(1)で示される化合物の量は、式(2)で示される化合物に対して1.5～3.3倍モルであり、好ましくは、1.8～3.1倍モルである。

〔0012〕式(1)で示される化合物と式(2)で示される化合物とを反応させて得られるアミド化物は、そのまま古紙再生用添加剤として使用することができるが、無機酸あるいは有機酸と反応させて塩として使用すると、取り扱いが容易になり、添加剤として使用し易くなる。使用する無機酸としては、塩酸、硫酸、炭酸、硝酸、リン酸等が挙げられる。また、有機酸としては、蟻酸、酢酸、プロピオン酸、オクチル酸、酪酸、シユウ酸、マロン酸、イタコン酸、アジピン酸、コハク酸、セバシン酸、クエン酸、ヒドロキシ安息香酸、リンゴ酸、ヒドロキシマロン酸、乳酸、サリチル酸、ヒドロキシ吉草酸、アスパラギン酸、グルタミン酸、タウリン、スルファミン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチニ酸、ステアリン酸、オレイン酸等が挙げられる。これらの中では、有機酸が好ましく、その中でも蟻酸、酢酸およびプロピオン酸が特に好ましい。塩として使用する場合、アミド化物の全アミン価を測り、全アミン価と当量の有機酸または無機酸を添加して、アミド化物の塩とする。

〔0013〕本発明の古紙再生用添加剤の使用量は、古紙パルプに対して0.03～8重量%が好ましく、水とパルプが共存するいずれの工程でも使用することができる。特に、抄紙工程中であり、均一にパルプ原料に添加できる工程が望ましい。ここで添加量は、0.03重量%未満では嵩高性および吸油性向上効果が小さく、8重量%を超えると、使用量に見合った嵩高性および吸油性向上は得られず、再生紙のコストアップになり好ましくない。本発明の古紙再生用添加剤は、水に分散して分散液とすることで古紙パルプへの添加が容易となる。アミド化物は、分散剤を用いて分散液とすると、容易に分散することができる。また、アミド化物の塩は、分散剤を用いて分散液とすることができますが、分散剤を用いることにより、分散液はより一層安定になる。

〔0014〕分散剤としては、ポリオキシアルキレンア

ルキルエーテル、ポリオキシアルキレンソルビタン脂肪酸エステル、脂肪酸エチレンオキシド付加物またはプロピレンオキシド付加物などの非イオン性分散剤、脂肪酸塩、アルキルスルホン酸塩などのアニオン性分散剤およびカチオン化デンブン、アルキルアミン塩、カチオン化ポリアクリラミドなどのカチオン性分散剤があるが、中でも好ましいのは、非イオン性分散剤であるポリオキシアルキレンアルキルエーテルやポリオキシアルキレンソルビタン脂肪酸エステル、カチオン性分散剤であるカチオン化デンブンである。より好ましいのは、製紙工業で高頻度で汎用されるカチオン化デンブンである。カチオン化デンブンは、タビオカ、馬鈴薯、トウモロコシ等由来のものがあるが、これらのカチオン化デンブンは、使用の際に、過硫酸アンモニウム、次亜塩素酸、過酸化水素等の酸化剤で処理し、分子量を約3万～5万にして、低粘度化して使用する方が好ましい。分散剤の使用量は、本発明のアミド化物あるいはその塩により異なるが、古紙パルプに対して0.05～20重量%が好ましく、0.1～10重量%がより好ましい。

【0015】また本発明の添加剤は、製紙工程において一般的に使用される添加薬剤、例えばポリアクリラミド、植物グアム等の紙力増強剤、アルキルケテンダイマー、ロジン等のサイズ剤、ポリエチレンイミン、カチオン化ポリマー等の滤水性・歩留まり向上剤等と併用する

ことも可能である。

【0016】

【発明の効果】本発明の古紙再生用添加剤は、古紙を原料とする再生紙の嵩高性および吸油性を向上させることができる。また、本発明の古紙再生用添加剤の製造方法によれば、嵩高性および吸油性に優れた再生紙を得ることができる。

【0017】

【実施例】本発明を実施例および比較例により具体的に説明する。

合成例1

攪拌機、冷却管、温度計および窒素導入管を備えた500ミリリットル容量の4つ口フラスコに、ステアリン酸284.5g(1モル)およびジェチレントリアミン51.5g(0.5モル)を仕込み、窒素雰囲気下、180～190°Cで攪拌した。水を系外へ除去しながら、3時間反応を行い、全アミン価76.8のアミド化物を得た。次に1リットル容量のビーカーに、アミド化物60gの全アミン価当量の蟻酸3.8gを水361.5gに溶解した蟻酸水溶液中にアミド化物60gを分散して、15重量%濃度の古紙再生用添加剤A液425.3gを調製した。

【0018】

【表1】

表1
添加剤分類液

No	式(1)で示される化合物 (不飽和脂肪酸含有率(%))	式(2)で示される化合物	対アミン脂肪酸モル		塩	分散剤水溶液
			ジエチレントリアミン	2		
1	A ステアリン酸 (0)	ジエチレントリアミン			硫酸	分散剤水溶液1
2	B オレイン酸 (95.0)	ジエチレントリアミン	2		硫酸	分散剤水溶液1
3	C 大豆油脂肪酸 (83.1)	ジエチレントリアミン	1.8		—	分散剤水溶液1
4	D ミリスチン酸 (0)	ジエチレントリアミン	2.5		硫酸	分散剤水溶液2
5	E ステアリン酸 (0)	トリエチレントラミン	2		硫酸	分散剤水溶液3
6	F オレイン酸 (95.0)	トリエチレントラミン	2		硫酸	分散剤水溶液3
7	G バルミチン酸 (0)	トリエチレントラミン	2.3		硫酸	分散剤水溶液1
8	H ステアリン酸 (0)	テトラエチレンベンタミン	3		硫酸	分散剤水溶液1
9	I エルカ酸 (95.2)	ジエチレントリアミン	2		硫酸	分散剤水溶液2
10	J ステアリン酸 (0)	ジメチルアミノプロピルアミン	2		—	分散剤水溶液1
11	K オレイン酸 (95.0)	エチレンジアミン	2		—	分散剤水溶液2
12	L 大豆油脂肪酸 (83.1)	メチルアミノプロピルアミン	2		—	分散剤水溶液1
13	M ステアリン酸 (0)	エチレンジアミン	12		硫酸	分散剤水溶液3
14	N カブリン酸 (0)	ジエチレントリアミン	2.5		硫酸	—
15	—	カチオン化デンプン	—		—	—
16	—	ポリオキシエチレン(EO21モル付加)ソルビタンモノウレート	—		—	—
17	—	ステアリン酸EO4.5モル付加物	—		—	—

[0019] *1カチオン化デンプン：ロケット社製
H1-CAT260

合成例2～14

表1に示す化合物を用いて、合成例1と同様に合成を行い、古紙再生用添加剤B～N液を調製した。なお、合成に用いた大豆油脂肪酸、オレイン酸、エルカ酸の脂肪酸組成（重量%）は、下記のとおりである。

大豆油脂肪酸：バルミチン酸（11.6%）、ステアリン酸（4.2%）、オレイン酸（33.3%）、リノール酸（42.2%）、リノレイン酸（7.2%）、その他（1.5%）

オレイン酸：バルミチン酸（2.0%）、ステアリン酸（1.5%）、バルミトレイン酸（2.0%）、オレイニン酸（91.0%）、リノール酸（2.0%）、その他

（1.5%）

エルカ酸：ステアリン酸（0.4%）、リノール酸（0.4%）、リノレイン酸（2.7%）、アラキン酸（0.4%）、ベヘン酸（1.0%）、エルカ酸（9.0.4%）、リグノセリン酸（2.0%）、その他（2.7%）

[0020] 分散剤水溶液1の調製

高粘度用攪拌機、窒素導入管および還流冷却管を備えた2リットル容量の4つ口フラスコに、カチオン化デンプン（ロケット社製 H1-CAT260）144g、イオン交換水1335gおよび過硫酸アンモニウム4.8gを仕込み、90°Cで2時間攪拌し、カチオン化デンプンの低分子量化を行い、10重量%濃度の分散剤水溶液1を調製した。なお、ここで得られたカチオン化デン

プン1を調製した。なお、ここで得られたカチオン化デン

ンの分子量は43,000であった。なお、分子量は粘度法により求めた。

分散剤水溶液2の調製

200ミリリットル容量のビーカー中にイオン交換水100gおよびボリオキシエチレン(21モル付加)ソルビタンモノラウレート10gを仕込み、攪拌混合し、10重量%濃度の分散剤水溶液2を調製した。

分散剤水溶液3の調製

200ミリリットル容量のビーカー中にイオン交換水100gおよびステアリン酸エチレンオキシド4.5モル付加物10gを仕込み、攪拌混合し、10重量%濃度の分散剤水溶液3を調製した。

【0021】添加剤分散液調製例1

1リットル容量のビーカー中で、添加剤A液300gおよび分散剤水溶液1を200g、75°Cで混合し、ホモミキサー(特殊機化工業(株)製)で、5000rpmで5分間処理した後、加圧乳化機(APV社製マントンゴーリン)により、40MPaで2回処理し、添加剤9重量%、分散剤4重量%である古紙再生用添加剤分散液NO.1を調製した。表1に示す添加剤および分散剤を用いて、古紙再生用添加剤分散液NO.1と同様にNO.2~14を調製した。

【0022】実施例1

<高高性評価>水道水1リットルと脱墨古紙バルブ50.0gを2リットル容量の離解機(熊谷理研(株)製バルバー)中に仕込み、15分間離解を行い、バルブスラリーを得た。さらに、300ミリリットル容量のビーカー中、水道水で、1.5重量%バルブスラリーを調製した。得られたバルブスラリー80gに対して、古紙再生用添加剤分散液NO.1を0.07g(添加剤対バルブ30

$$\text{吸油量增加率} (\%) = \frac{\text{サンプルの吸油量 (mm)} - \text{プランク吸油量 (mm)}}{\text{プランク吸油量 (mm)}} \times 100$$

吸油量增加率20%以上

吸油量增加率10%以上、20%未満

吸油量增加率10%未満

実施例および比較例のバルブスラリー中の添加量および評価結果は、表2に示した。

*ブ0.5重量%添加し、300ミリリットル容量のビーカー中、径4.5cmのタービン羽根により、250rpm×2分間攪拌した。その後、坪量約60g/m²となるようにシートマシン(安田精機(株)製TAPP1スタンダードシートマシン)により抄紙し、プレス機(安田精機(株)製油圧プレス機)により、0.35MPaで5分間プレス後、ドラム式ドライヤー(安田精機(株)製ドライヤー)により105°C、80秒の乾燥を行い、再生紙を得た。再生紙の評価は、坪量と厚さより求めた密度により行った。坪量はJIS P 8124に従って求め、厚さは得られた再生紙を4枚重ね合わせ、JIS式紙圧測定機(シチズン時計(株)製ME1-10)により異なる10箇所の厚さを測定し、その平均値より求めた。なお高高性の向上は、プランクに対する密度の低下率で評価した。密度は小さくなるほど高高性は良好であり、プランク(比較例9)を100%とした時の密度を用いて、下記の基準で評価を行った。

密度95.0%未満:○ 効果良好

密度95.0%以上:× 効果低い

20 <吸油性>再生紙の吸油性の評価は、プランク(比較例9)に対する吸油量増加率により行った。詳細は、上記の高高性評価で調製した再生紙を55×100mmの紙片に加工し、温度23°C、湿度50%で、混合油(軽油:鉱物油=80:20)30mlの入った100ミリリットル容量ビーカーに下端から5mm浸漬させ、1分後に紙片が吸い上げた量(液面から、浸透した液の上端までの距離(mm))を測定し、プランクに対する吸油量の増加率で評価した。吸油量は大きくなるほど吸油性は良好であり、下記式および基準で評価を行った。

:◎ 効果非常に良好

:○ 効果良好

:× 効果低い

【0023】

【表2】

表2

例	分散液	添加剤添加量 (%)	高 高 性			吸油性		
			密度 (g/m ² /厚さ)	% *2	評価	吸油量 (mm)	吸油量 増加率 % *3	評価
実施例	1 NO. 1	0.5	0.410	94.0	○	20.8	14.9	○
	2 NO. 2	0.5	0.388	89.0	○	23.4	29.3	◎
	3 NO. 3	0.3	0.405	92.9	○	21.4	18.2	○
	4 NO. 4	0.8	0.405	93.0	○	21.4	18.2	○
	5 NO. 5	0.5	0.403	92.5	○	21.8	20.4	◎
	6 NO. 6	0.5	0.390	89.5	○	22.6	24.9	◎
	7 NO. 7	1.5	0.411	94.3	○	20.6	13.8	○
	8 NO. 8	2.3	0.412	94.5	○	20.6	13.8	○
	9 NO. 9	0.5	0.392	89.9	○	22.3	23.2	◎
	10 NO. 3+NO. 5 (50:50)	0.4	0.402	92.3	○	21.8	20.4	◎
	11 NO. 4+NO. 5 (50:50)	0.4	0.409	93.8	○	21.1	16.6	○
比較例	1 NO. 10	2.5	0.430	98.6	×	18.6	2.8	×
	2 NO. 11	2.5	0.430	98.6	×	18.6	2.8	×
	3 NO. 12	1	0.431	98.9	×	18.4	1.7	×
	4 NO. 13	2	0.428	98.2	×	18.2	0.6	×
	5 NO. 14	5	0.432	99.1	×	18.2	0.6	×
	6 NO. 15	0.5	0.430	98.6	×	18.6	2.8	×
	7 NO. 16	0.5	0.429	98.4	×	18.8	3.9	×
	8 NO. 17	0.5	0.433	99.3	×	18.2	0.6	×
	9 —	—	0.436	100.0	×	18.1	0	×

[0024] *2 : ブランクを100%としたときの%を示す。

*3 : 重量比を示す。

実施例2～11および比較例1～8

表2に示す添加剤の添加量および分散剤の添加量をバルブに対して0.5重量%とする以外は、実施例1と同様に行った。ここで、比較例1は、式(2)で示される化合物の構造が異なるため、高高性および吸油性が向上しない。比較例2および3は、式(2)で示される化合物がアミノ基を2つしか有していないので、高高性および吸油性が向上しない。比較例4は、式(1)および式

(2)で示される化合物の反応モル比が、1.5倍モルより少ないので、得られたアミド化合物を使用しても、高高性および吸油性が向上しない。比較例5は式(1)で示されるアルキル鎖長が本発明の範囲より短いので、高高性および吸油性が向上しない。比較例6、7および8は本発明に使用した分散剤のみであるので、高高性および吸油性が向上しない。表1および表2に示したように使用するアミド化物が3つ以上のアミノ基をもつことが重要であり、本発明の古紙再生用添加剤は、古紙を原料とする再生紙の高高性および吸油性を向上させることができることがわかる。